

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 2002273607
PUBLICATION DATE : 25-09-02

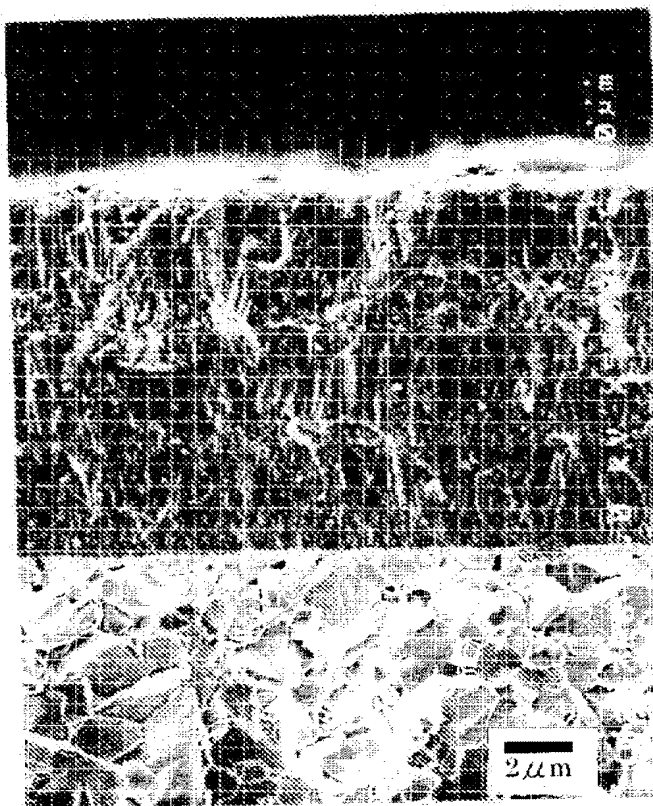
APPLICATION DATE : 16-03-01
APPLICATION NUMBER : 2001075825

APPLICANT : HITACHI TOOL ENGINEERING LTD;

INVENTOR : OKAYAMA SHIRO;

INT.CL. : B23B 27/14 C23C 16/34 C23C 16/36

TITLE : MULTILAYER COAT TOOL



(x5000)

ABSTRACT : PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a coat tool the cracking resistance of a film of which is further improved by providing layers of carbide, nitride, carbonitride, carboxide, nitroxide, carbonitroxide, aluminium oxide, zirconium oxide, etc., of 4a, 5a, 6a group metal of the periodic table on a tool base body surface.

SOLUTION: The multilayer coat tool constitutes its characteristic feature of making a multiple layer structure layer made of a carbonitride titanium layer and an aluminium nitride layer as a unit layer and applying at least more than one unit layer of the unit layer on the tool base body.

COPYRIGHT: (C)2002,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-273607

(P2002-273607A)

(43) 公開日 平成14年9月25日 (2002.9.25)

(51) Int.Cl.⁷

識別記号

F I

キーワード* (参考)

B 2 3 B 27/14

B 2 3 B 27/14

A 3 C 0 4 6

C 2 3 C 16/34

C 2 3 C 16/34

4 K 0 3 0

16/36

16/36

審査請求 未請求 請求項の数 4 () L (全 8 頁)

(21) 出願番号

特願2001-75825 (P2001-75825)

(22) 出願日

平成13年3月16日 (2001.3.16)

(71) 出願人 000233066

日立ツール株式会社

東京都江東区東陽4丁目1番13号

(72) 発明者 石井 敏夫

千葉県成田市新泉13番地の2日立ツール株式会社成田工場内

(72) 発明者 福永 有三

千葉県成田市新泉13番地の2日立ツール株式会社成田工場内

(72) 発明者 岡山 史郎

千葉県成田市新泉13番地の2日立ツール株式会社成田工場内

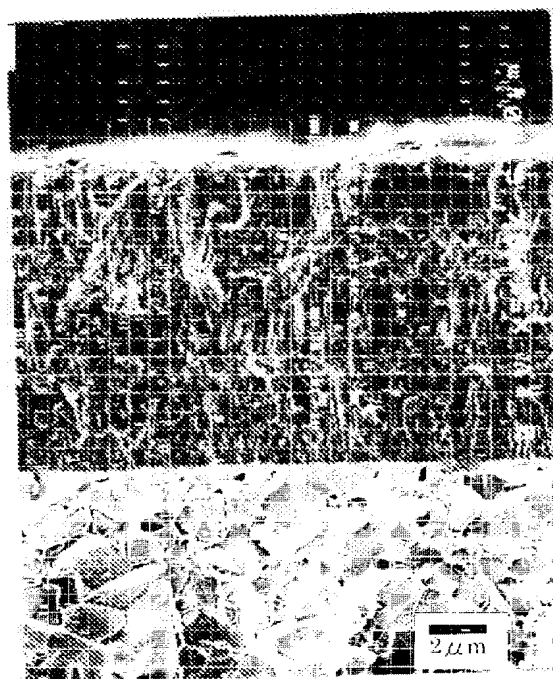
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 多層被覆工具

(57) 【要約】

【目的】 工具基体表面上に周期律表の4a、5a、6a族金属の炭化物、窒化物、炭窒化物、炭酸化物、窒酸化物、炭窒酸化物、並びに酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム等の層を設け、それら皮膜の耐クラック性をより一層高めた被覆工具を提供する。

【構成】 炭窒化チタン層と窒化アルミニウム層とからなる複層構造の層を単位層とし、前記単位層を工具基体上に少なくとも1単位層以上被覆してなることを特徴とする多層被覆工具である。



(×5000)

【特許請求の範囲】

【請求項1】炭窒化チタン層と窒化アルミニウム層とからなる複層構造の層を単位層とし、前記単位層を工具基体上に少なくとも1単位層以上被覆してなることを特徴とする多層被覆工具。

【請求項2】請求項1記載の多層被覆工具において、上記単位層を構成する炭窒化チタン層の等価X線回折強度比PRが最大である面が(422)面又は(311)面であることを特徴とする多層被覆工具。

【請求項3】請求項1又は2記載の多層被覆工具において、上記単位層を構成する炭窒化チタン層が、膜厚方向に細長い柱状組織を有することを特徴とする多層被覆工具。

【請求項4】請求項1乃至3のいずれかに記載の多層被覆工具において、上記単位層を構成する炭窒化チタン層の粒界と窒化アルミニウム層の粒界とが膜厚方向に略連続していることを特徴とする多層被覆工具。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、切削工具や耐摩工具等として用いる被覆工具に関するものであり、より詳しくは、工具基体表面上に、周期律表の4a、5a、6a族金属の炭化物、窒化物、炭窒化物、炭酸化物、窒酸化物、炭窒酸化物、並びに酸化アルミニウム、酸化ジルコニウムの層のうち、いずれか二種以上の層からなる多層膜を有し、該多層膜の中に炭窒化チタン膜及び窒化アルミニウム膜を少なくともそれぞれ一層以上有する多層被覆工具に関する。

【0002】

【従来の技術】超硬合金、高速度鋼、あるいは特殊鋼などからなる工具基体の表面に、単層又は多層の硬質皮膜を施した被覆工具は、皮膜の耐摩耗性と基体の強靱性とを兼ね備えているため、広く実用に供されている。特に、高速で切削する場合や切削液を用いずに旋削加工する場合には、切削工具の刃先温度が1000℃前後にまで達するため、高温環境下における被削材との接触による摩耗や断続切削等の機械的衝撃に耐える必要があり、耐摩耗性と靱性の両特性に優れた被覆工具が常用されている。

【0003】一般に、被覆工具の硬質皮膜としては、耐摩耗性及び靱性に優れることが要求されるため、周期律表4a、5a、6a族金属の炭化物、窒化物、又は炭窒化物からなる膜が用いられており、また耐酸化性に優れる酸化アルミニウム膜なども用いられている。これら硬質皮膜は、良く知られているように、CVD法あるいはPVD法により成膜される。PVD法は、多数の元素を含有する膜を比較的容易に成膜できるという特長を有するが、CVD法により成膜した皮膜に比べて、基体と膜の間、及び皮膜相互間の密着性が劣るという欠点がある。これに対して、CVD法は、化学反応を用いて成膜

するために多数の元素を含有する膜を成膜することが困難であるという欠点はあるが、600～1050℃の高温で成膜するために、膜の密着性が高いこと、高い温度で使用しても膜特性の劣化が少ないこと、などの特長がある。

【0004】このため、切削加工時に刃先が比較的高い温度まで上昇する旋削工具等の皮膜としては、CVD法で成膜されたTiC、TiN、TiCN、Al₂O₃膜などが実用化されているにすぎない。これら実用化されている皮膜のうち、TiC、TiN、TiCN膜は、常温で測定したビッカース硬度Hvが約3200、2100、2700と硬く、耐摩耗性が優れているため、旋削用工具の皮膜として多用されている。しかし、これらの膜のうちTiCN膜は、高硬度材を切削し、刃先の温度が1000℃を越える高温に達した場合、酸化しやすく、また膜中にクラックが入り結晶粒の脱落等により、工具寿命が劣る欠点がある。

【0005】このような炭窒化チタン膜の特性を改善したものととして、例えば、TiCN層のX線回折における最高ピーク強度を示す面を規定したもの(特開平6-158324号公報、特開平6-158325号公報、及び特開平7-62542号公報)や、膜中の塩素の含有量を規定したもの(特開平7-100701号公報)等が提案されており、本願出願人も膜厚や組織等を特定したものを提案した(特許第2660180号公報)。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記本願発明者らが先に提案した発明、すなわち、炭窒化チタン硬質膜に係る発明を更に発展させ、耐摩耗性、耐チッピング性、高温硬度等が優れ、工具寿命の永い被覆工具を提供することを課題とするものである。すなわち、上記実状を踏まえ、本発明が解決しようとする課題は、従来に比して膜の耐酸化性や耐クラック性が優れており、格段に工具寿命の優れた炭窒化チタン膜を有する被覆工具を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】上述したような従来の発明は、いずれも、チタンの炭窒化物層自体に着目し、それらを改善した内容のものが多く、本願発明者らは、多層膜を構成する個々の膜の特性改善を検討するとともに膜相互の関連性についても検討した結果、高温耐摩耗性が優れた炭窒化チタン膜と、高温耐酸化性に優れた窒化アルミニウム膜とを組み合わせることにより、両者の特長を併せ持つとともに、耐クラック性をより一層高めることができることを見出し、本発明を完成した。

【0008】すなわち、本発明は、炭窒化チタン層と窒化アルミニウム層とからなる複層構造の層を単位層とし、前記単位層を工具基体上に少なくとも1単位層以上被覆してなることを特徴とする多層被覆工具である。

【0009】本発明によれば、超硬合金やサーメット、

高速度鋼、特殊鋼等からなる周知の工具基体を用い、少なくとも一単位層、好ましくは二単位層以上の複合構造の層を含むように多層膜を構成することにより、優れた工具寿命を持つ多層被覆工具が得られる。その理由は明確ではないが、高温耐摩耗性と靱性とが優れた炭窒化チタン膜と、高温での安定性が優れた窒化アルミニウム膜とを組み合わせることにより、炭窒化チタン層により優れた靱性と高温耐摩耗性が得られ、窒化アルミニウム層により切削中に刃先温度が高温になった場合でも窒化アルミ中のアルミニウムが酸化して高温でも安定な酸化アルミニウムに変化することにより、優れた耐酸化性が得られるものと考えられる。更に、これらが層状に分かれて積層形成されているために、単位層における外側の膜中にクラックが発生したとしても両膜の境界領域で遮断され、膜厚方向に伝搬し難くなることによって、耐クラック性が向上し、優れた工具寿命を持つ被覆層が得られるものと考えられる。

【0010】本発明において、前記炭窒化チタン層と窒化アルミニウム層とからなる複層構造の単位層は、多層膜中に少なくとも1単位層以上存在する必要があるが、二単位層以上を含有していることが好ましく、三単位層以上を含有していることが最も好ましい。こうすることにより、炭窒化チタンと窒化アルミニウム層間でクラックが膜厚方向には走りにくくなるため、耐クラック性が向上して、更に良好な工具寿命を持つ被覆層が得られる効果があると考えられる。この効果は、二単位層更には三単位層以上で複層構造を構成することにより更に顕著に現れる。また、本発明において、単位層における窒化アルミニウム層は、炭窒化チタン層の上に成膜されていることが好ましい。工具摩耗が進行しても、耐酸化性に富む窒化アルミニウム層が外側に存在することにより、高温での酸化を防止し、内層が酸化することを防止するとともに耐クラック性も良好であるなど、両層の特長がより顕著に現れる効果がある。

【0011】本発明において、上記単位層における炭窒化チタン層と窒化アルミニウム層は、その膜厚比（炭窒化チタン層／窒化アルミニウム層）を0.5～50の範

囲とするのが良く、好ましくは0.5～30の範囲とする。膜厚比が、0.5未満では複層構造の層とする効果が少なく、50を越えると膜が柔らかくなりすぎ耐摩耗性が低くなる。好ましい範囲では、耐クラック、耐酸化性、及び膜硬度のバランスが特に良くなり、優れた工具特性を得ることが出来る。

【0012】本発明において、複層構造の単位層を構成する炭窒化チタン層と窒化アルミニウム層の間に、炭化チタン、窒化チタン、窒化チタンアルミニウム等の極薄膜を挿入し、両層間の密着性を更に高めることも可能である。

【0013】また本発明において、前記複層構造単位層の中の炭窒化チタン層は、(422)面又は(311)面からの等価X線回折強度比PRが最大であることが好ましい。こうすることにより、前記炭窒化チタン層が高い結晶性を持つとともに、耐摩耗性と靱性とが更に優れることになり、更に良好な工具寿命が得られる。このような膜は、炭窒化チタン層の成膜条件を最適化することによって成膜できる。例えば、炭窒化チタン層の成膜温度を700℃から920℃の温度範囲では(422)面や(311)面の等価X線回折強度比PRが大きくなりやすく、更に成膜温度を高めるに連れて(111)面や(220)面の等価X線回折強度比PRが大きくなる傾向が現れる。

【0014】炭窒化チタンのX線回折は、JCPDSファイル(Powder Diffraction File Published by JCPDS International Center for Diffraction Data)に記載がない。このため、後述する実施例等においては、TiCとTiNのX線回折データ(JCPDSファイルNo. 29-1361とNo. 38-1420)及び本発明品を実測して得たX線回折パターンから求めた表1の面指数と2θ値を基準にして同定した。また、等方粒子のX線回折強度比IOは表1中に示すようにTiCとTiNの平均値とした。

【0015】

【表1】

| ピークの面指数 | (111) | (200) | (220) | (311) | (222) | (420) | (422) | (511) |
|----------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| d(nm) | 0.2476 | 0.2145 | 0.1516 | 0.1293 | 0.1238 | 0.0959 | 0.0875 | 0.0825 |
| 2θ(°) | 36.25 | 42.10 | 61.06 | 73.12 | 76.95 | 105.87 | 123.25 | 137.88 |
| I _o (hkl) | 76 | 100 | 53 | 25 | 15 | 20 | 19 | 12 |

【0016】ここでX線回折パターンはX線源にCuK α 1線($\lambda=0.15405$ nm)を用い、試料の工具表面平坦部の皮膜部分を測定面として、2 θ - θ 走査法により2 $\theta=10^{\circ}$ ～145 $^{\circ}$ の範囲で測定する。バックグラウンドは装置に内蔵されたソフトにより除去した。また、炭窒化チタンの格子定数が0.42～0.44の範囲で変動するため、表1の2 θ 値を基準にして、測定したX線回折ピークに現れているTiC、TiN、WCの

ピーク(JCPDSファイルNo. 25-1047)等のピークとの位置関係をも考慮して炭窒化チタンのX線回折ピークを決定した。

【0017】等価X線回折強度比PR(hkl)は炭窒化チタンの(hkl)面からのX線回折ピーク強度を定量的に評価するために次式より定義した。この値は表1に記載された等方粒子のX線回折ピーク強度IO(hkl)に対する実測した皮膜のX線回折ピーク強度I(h

k l) の相対強度を示している。PR (h k l) 値が大きい程 (h k l) 面からのX線回折ピーク強度が他のX線回折ピーク強度よりも強く、皮膜の (h k l) 面が基

$$PR(hkl) = \{I(hkl)/I_o(hkl)\} / \{\sum I(hkl)/I_o(hkl)\} / \epsilon$$

但し、 \sum は (111)、(200)、(220)、(311)、(222)、(422)、(420)、(511) の8個の (h k l) で和を取ることを示している。

【0019】また、本発明において、炭窒化チタン層と窒化アルミニウム層から成る単位層を構成する炭窒化チタン層は、その膜厚方向に細長い柱状組織を持つことが好ましい。炭窒化チタン層が膜厚方向に細長く連続することで結晶粒の粗大化が防止でき良好な工具寿命が得られる。このような炭窒化チタン層を成膜するには、原料ガスとして、好ましくは有機CN化合物ガス、チタンのハロゲン化ガス、アルミニウムのハロゲン化ガス、及びアンモニアガスをを用い、700～980℃の温度で、熱CVD法により成膜することにより製造できる。

【0020】また、本発明において、複層構造の単位層を構成する炭窒化チタン層の粒界と窒化アルミニウム層の粒界とが膜厚方向に略連続していることが好ましい。二層の結晶粒界が膜厚方向に略連続している事により、炭窒化チタン層と窒化アルミニウム層との間により優れた密着性が得られ、層間の剥がれやクラックの伝播が少なくなり、より優れた工具寿命が得られる。このような炭窒化チタンと窒化アルミニウムの単位層は、例えば、両層間の成膜温度を同一にし、原料ガスを連続的に変化させることにより製造できる。

【0021】本発明の多層被覆工具において、上記炭窒化チタン層はTiCNに限るものではない。これらの成分に例えばCr、Ta、Nb、Zr、Hf、Mg、Y、Si、Bを単独又は複数組み合わせる各元素を0.3～30質量%添加した層でも良い。0.3質量%未満ではこれらを添加する効果が現れず、30質量%を超えると炭窒化チタン層の硬度が低くなる等の欠点が現れる。また、上記複層構造の単位層には、本発明の効果を消失しない範囲でWやCo等の不可避の不純物を例えば数質量%程度まで含むことが許容される。

【0022】また、本発明の被覆工具において、上記複層構造の多層膜は窒化チタン膜上に形成されていることに限るものではなく、下地膜として例えば炭化チタン膜や窒化アルミニウム膜、窒化ジルコニウム膜を成膜した場合も略同様の作用効果を得ることができる。

【0023】更に、本発明の被覆工具において、炭窒化チタン層と窒化アルミニウム層とからなる複層構造の単位層は、必ずしも最外層膜である必要はない。例えば、さらにその上に α 型酸化アルミニウム膜、 κ 型酸化アルミニウム膜、酸化ジルコニウム膜、あるいはこれらの複合膜、更にはチタン化合物（例えば窒化チタン膜や炭窒化チタン膜及びその多層膜）やジルコニウム等の化合物（例えば窒化ジルコニウム、窒化ハフニウム、窒化アル

ミニウム及びその多層膜）等を被覆してもよい。

【0018】

【式1】

ミニウム及びその多層膜）等を被覆してもよい。

【0024】また、本発明の多層被覆工具において、炭窒化チタン層と窒化アルミニウム層とから構成される複層構造の単位層は、熱CVD法により成膜されたものであり、膜の残留応力が引張応力であることが好ましいが、プラズマCVD法あるいはアークイオンプレーティング法等のPVD法によってもよい。ただし、プラズマCVD法で成膜すると、膜中の塩素量が2質量%を越えてしまい、膜硬度と耐磨耗性が低下して工具寿命が低下する欠点が現れ易い。また、PVD法で成膜する場合には、膜の残留応力が圧縮応力になるとともに膜の下地に対する密着性が低下し、膜剥離しやすくなり、工具寿命が低下する欠点が現れる。

【0025】

【発明の実施の態様】以下、本発明の多層被覆工具を、実施例等によって具体的に説明するが、これら実施例により本発明が限定されるものではない。

【0026】（実施例1）WC：72質量%、TiC：8質量%、(Ta、Nb)C：11質量%、Co：9質量%の組成よりなる超硬合金製スローアウェイチップ上に、熱CVD法により成膜温度900℃で厚さ0.4 μ mの窒化チタン層をまず形成した。次に、成膜温度850℃、TiCl₄ガス：1.5vol%、CH₃CNガス：1.0vol%、N₂ガス：45vol%、残りH₂キャリアーガスで構成された原料ガスを毎分6000mlだけCVD炉内に流し、成膜圧力：5.0kPaで厚さ1 μ mの炭窒化チタン層を成膜した。続いて、成膜温度850℃、AlCl₃ガス：1.5vol%、NH₃ガス：1.0vol%、N₂ガス：45vol%、残りH₂キャリアーガスで構成された原料ガスを毎分6000mlだけCVD炉内に流し、成膜圧力：5.0kPaで窒化アルミニウムを成膜した。この炭窒化チタン層と窒化アルミニウム層とから成る複層構造を一組の単位層として、1組～6組の単位層を積層して、全厚が10 μ mの炭窒化チタン層及び窒化アルミニウム層からなる多層膜を成膜した。なお、複層構造部の全膜厚が10 μ mになるように、成膜する組数が1組から6組へと多くなるにつれて、炭窒化チタン層と窒化アルミニウム両者の成膜時間を均等に短縮した。

【0027】図1は、本発明例である試料番号4の皮膜部破断面を、走査電子顕微鏡により撮影したものである。炭窒化チタン層（より膜厚の厚い部分）と窒化アルミニウム層（同薄い層）とから構成された単層が3組被

覆されており、炭窒化チタン層は膜厚方向に細長い柱状組織を持っていること、また、炭窒化チタン層の結晶粒界と窒化アルミニウム層の結晶粒界が膜厚方向にほぼ連続していることがわかる。

【0028】図2は試料番号4の工具表面平坦部における皮膜部分のX線回折パターン測定結果である。図2のX線回折パターンから求めた本発明例の炭窒化チタン膜の、各ピークの 2θ 値とX線回折強度及び各 2θ 値から

求めた格子定数を表2にまとめて示す。図3は図2と表2より求めた試料番号4の炭窒化チタン膜の各(h k l)面の等価X線回折強度比PR(h k l)をまとめて示したものである。本試料の等価X線回折強度比PRは(4 2 2)面が最大であり、次いで(3 1 1)が大きいことがわかる。

【0029】

【表2】

| 2 θ 実測値 (°) | X線回折強度 (s ⁻¹) | 立方晶での格子定数 計算結果 (nm) | 面指数 (h k l) |
|-----------------------|------------------------------|------------------------|----------------|
| 36.24 | 2987 | 0.4308 | (111) |
| 42.10 | 619 | 0.4309 | (200) |
| 61.06 | 2245 | 0.4308 | (220) |
| 73.14 | 2882 | 0.4308 | (311) |
| 76.96 | 123 | 0.4307 | (222) |
| 106.94 | 36 | 0.4287 | (420) |
| 123.28 | 2886 | 0.4310 | (422) |
| 平均値 | | 0.4305 | |
| σ_{n-1} | | 0.0003 | |

【0030】また、比較のため、以下の試料を作製した。即ち、基体上に厚さ0.4 μ mの窒化チタン膜を成膜した後、続いて厚さ10 μ mの炭窒化チタン単層を成膜した試料(試料番号7)、及び、同様に基体上に厚さ0.4 μ mの窒化チタン膜と厚さ10 μ mの窒化アルミニウム単層を成膜した試料(試料番号8)を作製した。

【0031】上記のようにして得られた本発明の多層被覆工具及び比較例品を用いて、以下の条件で連続切削を行い、被覆工具の工具寿命を評価した。

被削材：FC250(HB230)

切削速度：320m/分

送り：0.25mm/rev

切り込み：2.0mm

乾式切削

ここで、切削状況を2分間隔で調べ、平均逃げ面摩耗量が0.35mm、クレーター摩耗が0.1mm、境界摩耗が0.5mmのどれかに達した時間を連続切削寿命と判断し、これを工具寿命とした。

【0032】得られた多層被覆工具について、炭窒化チタン層と窒化アルミニウム層とからなる複層構造の単位層の層数(組数)、炭窒化チタン層の組織、炭窒化チタン層の等価X線回折強度比PRが最大である面、及び連続切削寿命等を表3にまとめて示す。

【0033】

【表3】

| 試料 番号 | TiCN層とAlN層か らなる複層構造 単位層の層数 | TiCN層 の組織 | TiCN層の等価X線 回折強度比PR最 強度面 | TiCN層とAlN層 間の結晶粒界連 続性 | 連続切削 寿命 (分) |
|----------|----------------------------------|--------------|-------------------------------|-----------------------------|-------------------|
| 1 | 0 | 柱状 | (4 2 2) | 連続 | 22 |
| 2 | 5 | 柱状 | (4 2 2) | 連続 | 26 |
| 3 | 4 | 柱状 | (4 2 2) | 連続 | 28 |
| 4 | 3 | 柱状 | (4 2 2) | 連続 | 30 |
| 5 | 2 | 柱状 | (4 2 2) | 連続 | 26 |
| 6 | 1 | 柱状 | (4 2 2) | 連続 | 16 |
| *7 | TiCN単層 | | | | 8 |
| *8 | AlN単層 | | | | 5 |

*：比較例

【0034】表3より、本発明による多層被覆工具は、いずれも連続切削寿命が16分以上と長く優れていることがわかる。また、表3より、炭窒化チタン層と窒化アルミニウム層とからなる複層構造の単位層が2単位層以上の多層膜構造を形成しているもの(試料番号1～5)が、単位層が1組のみのもの(試料番号6)より工具寿命が1.6倍以上優れており、更には、単位層が3組

(試料番号4)の場合には連続切削寿命が30分以上と約1.9倍以上優れ、更に優れた工具寿命が得られることが判る。即ち、複層構造を構成する単位層の組数は2組以上が好ましく、更には3組以上が最も好ましいことがわかった。

【0035】また、比較例である試料番号7では、膜の酸化あるいは膜中にクラックが発生したためか、膜のク

レータ摩耗が進行し、連続切削寿命は8分であった。また、試料番号8では、膜の硬度が低いためか、逃げ面摩耗が急速に進行し、連続切削寿命は5分であった。これに対して、本発明例の、1組の単位層を被覆した試料番号6の連続切削寿命は16分であり、炭窒化チタン単層（試料番号7）ないしは窒化アルミニウム単層（試料番号8）を被覆している従来例よりも2倍ないしは3倍以上優れていることがわかる。

【0036】（実施例2）本発明において、炭窒化チタン層と窒化アルミニウム層とからなる複層構造の単位層を構成する炭窒化チタン層の等価X線回折強度比PRが

| 試料番号 | TiCN層とAlN層とからなる複層構造単位層の層数 | TiCN層の組織 | TiCN層の等価X線回折強度比PR最強度面 | TiCN層とAlN層間の結晶粒界連続性 | 連続切削寿命(分) |
|------|---------------------------|----------|-----------------------|---------------------|-----------|
| 9 | 3 | 柱状 | (311) | 連続 | 28 |
| 10 | 3 | 柱状 | (111) | 連続 | 24 |
| 11 | 3 | 柱状 | (220) | 連続 | 20 |

【0038】炭窒化チタン層と窒化アルミニウム層とからなる単位層の組数が同じ3組である表3中の試料番号4と、表4の試料番号9、10、11とを比較することにより、単位層を構成する炭窒化チタン層の等価X線回折強度比PRが最大である面が(422)面又は(311)面であるときの方が連続切削寿命が30分、28分と長く、(111)面及び(220)面が最大であるときよりも工具寿命が1.5倍以上優れていることがわかる。即ち、単位層を構成する炭窒化チタン層の等価X線回折強度比PRが最大である面が(422)面又は(311)面であることが好ましいことがわかった。

【0039】（実施例3）本発明例の炭窒化チタン層と窒化アルミニウム層とからなる複層構造の単位層における炭窒化チタン層が、膜厚方向に細長い柱状組織と粒状組織である場合との工具寿命への影響を明らかにするため、実施例1と同じ切削工具用超硬合金基体に、厚さ0.4μmの窒化チタン膜を成膜した。次に、成膜温度980℃、原料ガスをTiCl₄ガス：1.5vol%、CH₄ガス2.5vol%、N₂ガス：45vol%、残りH₂キャリアーガスで構成された原料ガスを毎分6000mlだけCVD炉内に流し、成膜圧力：5.0kPaで炭窒化チタン層を成膜した。続いて、成膜温度900℃、原料ガスをAlCl₃ガス：1.5vol%、NH₃ガス：1.0vol%、N₂ガス：45vol%、残りH₂キャリアーガスで構成された原料ガスを毎分6000mlだけCVD炉内に流し、成膜圧力：5.0kPaで窒化アルミニウム層を成膜した。この炭窒化チタン層と窒化アルミニウム層とからなる複層構造の層を1単位層として、3組の単位層からなり全厚が10μmの炭窒化チタン層と窒化アルミニウム層とからなる皮膜を成膜し、試料番号12とした。この試料の炭窒化チタン層は、膜厚方向に細長くはなく、粒状であった。また、実施例1と同一の方法で評価した連続切削寿命は

最大である面の相違による影響を明らかにするため、炭窒化チタン層と窒化アルミニウム層の各成膜温度を同時に880℃、930℃、950℃に高める以外は、実施例1と同じ条件で成膜した3組の単位層を持つ本発明被覆工具（試料番号9、10、11）を作製した。これら試料の単位層の組数、炭窒化チタン層の組織とX線回折強度比PRが最大である面の指数、及び連続切削寿命の評価結果を表4にまとめて示す。

【0037】

【表4】

18分であった。

【0040】本試料と、炭窒化チタン層と窒化アルミニウム層とからなる複層構造の単位層数が同じ3組である試料番号4とを比較することにより、単位層を構成する炭窒化チタン層が、膜厚方向に細長い柱状組織である場合（試料番号4、連続切削寿命30分）の方が、細長い柱状組織でない場合（試料番号12、18分）より工具寿命が約1.7倍優れていることがわかる。即ち、単位層を構成する炭窒化チタン層が膜厚方向に細長い柱状組織を有していることが好ましいことがわかった。

【0041】（実施例4）本発明例の炭窒化チタンと窒化アルミニウム層とからなる単位層を構成する炭窒化チタン層の結晶粒界と、その上に形成された窒化アルミニウム層の結晶粒界とが膜厚方向に略連続していることの工具寿命への影響を明らかにするため、実施例1と同じ成膜条件で切削工具用超硬合金工具基体の表面に厚さ0.4μmの窒化チタン膜を成膜した後、成膜温度850℃で、TiCl₄ガス：1.5vol%、CH₃CNガス：1.0vol%、N₂ガス：45vol%、残りH₂キャリアーガスで構成された原料ガスを毎分6000mlだけCVD炉内に流して、成膜圧力：5.0kPaで炭窒化チタン層を成膜した。続いて、成膜温度700℃又は1000℃で原料ガスをAlCl₃ガス：1.5vol%、NH₃ガス：1.0vol%、N₂ガス：45vol%、残りH₂キャリアーガスで構成された原料ガスを毎分6000mlだけCVD炉内に流し、成膜圧力：5.0kPaで窒化アルミニウム層を成膜した。この炭窒化チタン層と窒化アルミニウム層とを一組の単位層を、繰り返し成膜して、三組の単位層を全厚で10μm成膜することにより試料番号13と試料番号14とを作製した。試料番号13の窒化アルミニウム層の成膜温度は700℃、試料番号14は1000℃である。

【0042】これら試料の、皮膜断面の結晶形態をSE

Mで観察した結果、試料番号13の窒化アルミニウム層はアモルファス状であり、試料番号14は巨大結晶粒から成っており、単位層を構成する窒化アルミニウム層と炭窒化チタン層の粒界は膜厚方向に連続していなかった。また、これらの試料を実施例1と同じ条件で連続切削寿命を評価した結果、試料番号13、14はそれぞれ14分と15分であった。

【0043】炭窒化チタン層と窒化アルミニウム層とからなる単位層の組数が同じ3組である試料番号4（実施例1、連続切削寿命30分）と試料番号13、14（同14、15分）とを比較することにより、単位層を構成する炭窒化チタン層の粒界と窒化アルミニウム層の粒界とが連続である場合の工具寿命が不連続であるよりも2倍以上優れていることがわかる。即ち、単位層を構成す

る炭窒化チタン層の粒界と窒化アルミニウム層の粒界とが連続であることが好ましいことがわかった。

【0044】

【発明の効果】上述のように、本発明によれば、従来に比して膜の耐酸化性や耐クラック性が優れ、格段に工具寿命の優れる炭窒化チタン層及び窒化アルミニウム層を有する多層被覆工具を実現することができる。

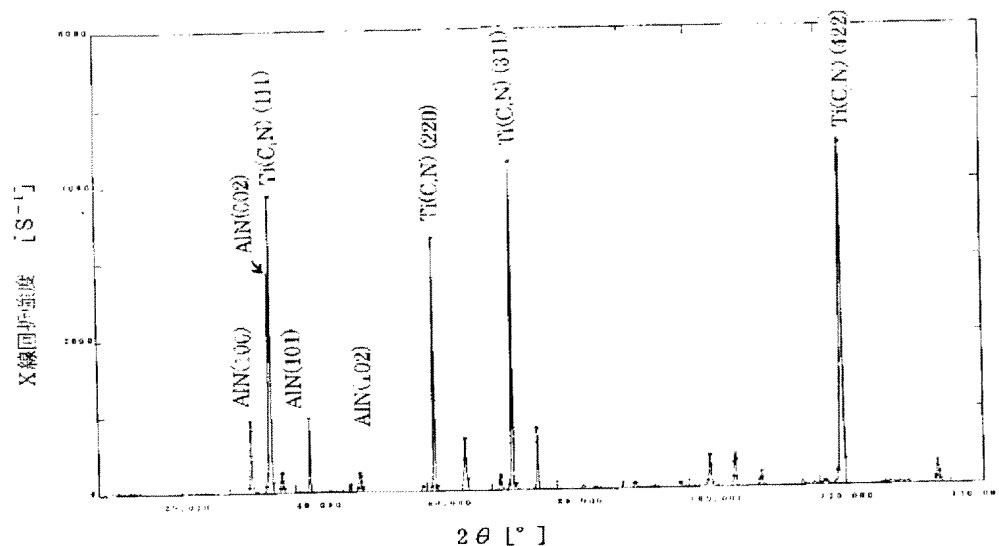
【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、本発明の多層被覆工具のセラミック材料の組織を示す顕微鏡写真の一例を示す。

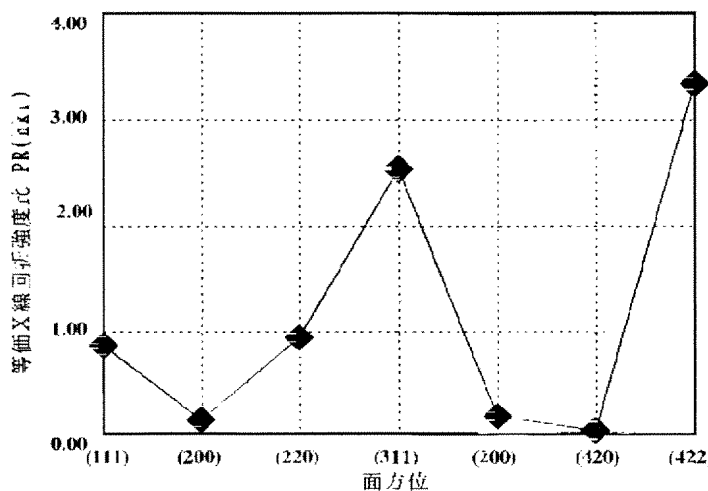
【図2】図2は本発明の多層被覆工具のX線回折パターンの一例を示す。

【図3】図3は、本発明の多層被覆工具の等価X線回折強度比PRの一例を示す。

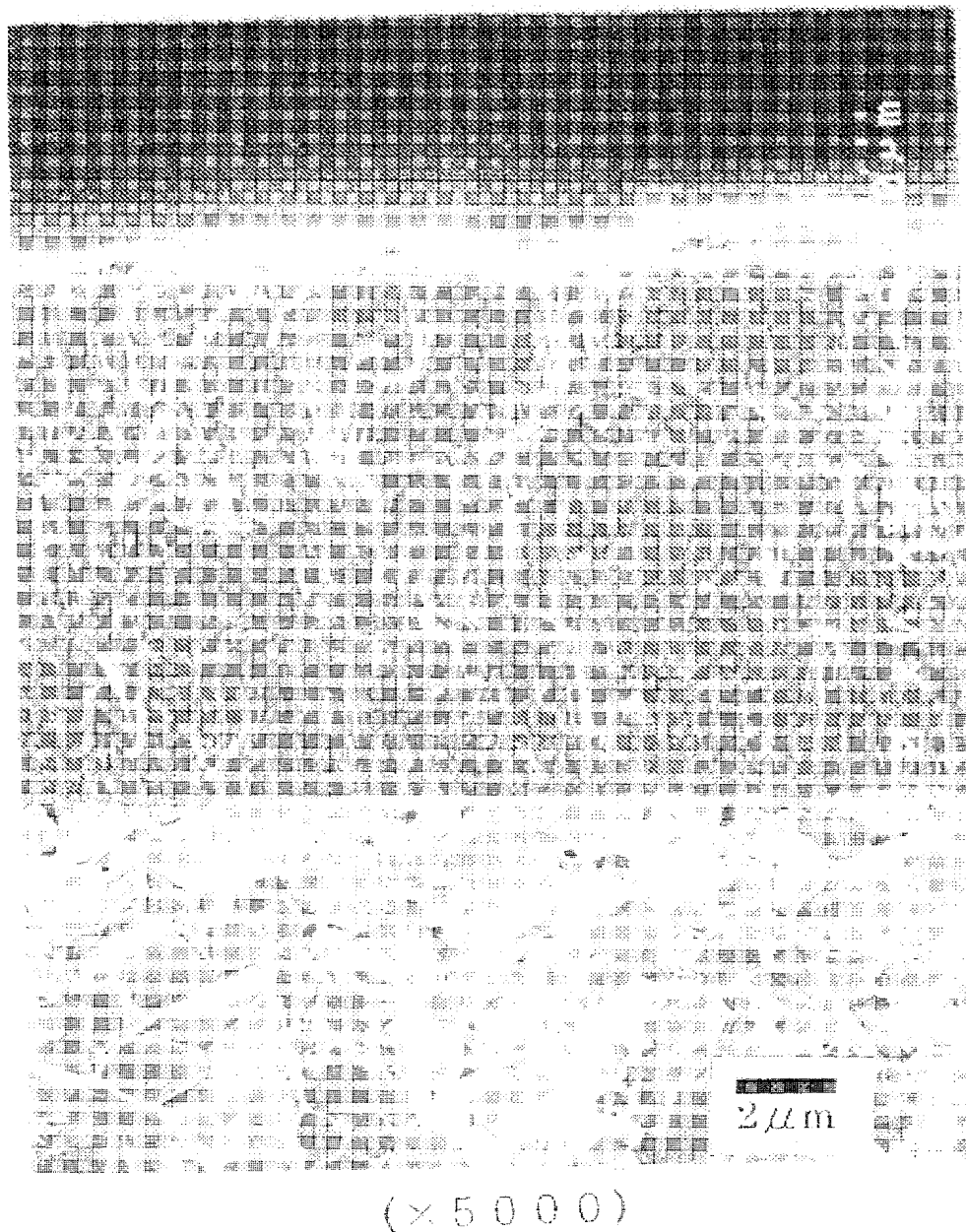
【図2】



【図3】



【図1】



フロントページの続き

Fターム(参考) 3C046 FF02 FF03 FF10 FF13 FF16
4K030 AA03 AA09 AA13 AA17 AA18
BA38 BA41 BB12 CA03 FA10
LA22